

Disintegratable cigarette filter

Publication number: DE19951062

Publication date: 2001-05-03

Inventor: TEUFEL EBERHARD (DE); MAURER GUENTER (DE);
SACKERS EMMERICH (DE)

Applicant: RHODIA ACETOW GMBH (DE)

Classification:

- **international:** A24D3/04; A24D3/10; A24F13/06; A24D3/00;
A24F13/00; (IPC1-7): A24D3/02; A24D3/04

- **european:** A24D3/04; A24D3/10

Application number: DE19991051062 19991022

Priority number(s): DE19991051062 19991022

Also published as:



WO0128369 (A1)

EP1221869 (A1)

US6776168 (B1)

MXPA02003968 (A)

EP1221869 (A0)

[more >>](#)

[Report a data error here](#)

Abstract of DE19951062

The invention relates to a high performance cigarette filter on the basis of cellulose ester fibers or filaments which can be mechanically disintegrated. The inventive high-performance cigarette filter is characterized in that a) the fiber weight (or filament weight)/draw resistance ratio S based on the filament titer is greater than approximately 0.7, the S value being calculated according to the formula $S = (\text{mA} / \text{DELTA P}7.8 / \text{dpf}) [10 \text{ m}/\text{daPA}]$, wherein mA refers to the fiber weight, DELTA P refers to the draw resistance and dpf represents the filament titer and for the draw resistance the value calculated for a diameter of 7.8 mm is inserted, b) the residual crimping value of the filter material does not exceed the value 1.45, c) the fiber weight amounts to maximally 10 mg/mm of the filter length, and d) the hardness of the cigarette filter is higher than approximately 90 % filtrona hardness. The inventive filter is characterized by an improved disintegratability under environmental conditions vis-à-vis comparable products.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



⑯ BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

Offenlegungsschrift

⑯ DE 199 51 062 A 1

⑮ Int. Cl.⁷:

A 24 D 3/02

A 24 D 3/04

DE 199 51 062 A 1

⑯ Aktenzeichen: 199 51 062.8

⑯ Anmeldetag: 22. 10. 1999

⑯ Offenlegungstag: 3. 5. 2001

⑰ Anmelder:

Rhodia Acetow GmbH, 79108 Freiburg, DE

⑰ Vertreter:

Hagemann, Braun & Held, 81679 München

⑰ Erfinder:

Teufel, Eberhard, Dipl.-Ing., 79194 Gundelfingen,
DE; Maurer, Guenter, 79395 Neuenburg, DE;
Sackers, Emmerich, Dr., 79114 Freiburg, DE

⑰ Entgegenhaltungen:

US 40 07 745

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑯ Hochleistungs-Zigarettenfilter

⑯ Die Erfindung betrifft ein Hochleistungs-Zigarettenfilter mit mechanischer Desintegrierbarkeit auf der Basis endloser Celluloseesterfasern, dadurch gekennzeichnet, daß a) das auf den Filamenttiter bezogene Acetatgewicht/Zugwiderstandsverhältnis S größer ist als etwa 0,7, wobei der S-Wert nach der Formel:

$$S = (m_A / \Delta P_{7,8}) / dpf [10 m/daPA]$$

berechnet wird, worin bedeuten m_A das Acetatgewicht, ΔP den Zugwiderstand und dpf den Filamenttiter und für den Zugwiderstand der auf einen Durchmesser von 7,8 mm umgerechnete Wert eingesetzt wird,
b) die Restkräuselung des Filtermaterials den Wert von 1,45 nicht übersteigt,

c) das Acetatgewicht maximal 10 mg/mm Filterlänge beträgt,

d) die Härte des Zigarettenfilters etwa 90% Filtronahärte überschreitet,

e) das Zigarettenfilter nach dem CBDTF-Test mindestens etwa 40% Gewichtsverlust nach 10 Wochen Versuchsdauer aufweist.

Dieser Filter zeichnet sich unter Umwelteinflüssen gegenüber Vergleichsprodukten durch eine verbesserte Desintegrierbarkeit aus.

DE 199 51 062 A 1

DE 199 51 062 A 1

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft einen Hochleistungs-Zigarettenfilter mit mechanischer Desintegrierbarkeit auf der Basis endloser Celluloseesterfasern.

5 Die überwiegende Zahl der heute verwendeten Zigarettenfilter wird aus Filter Tow, bestehend aus endlosen, stauchkammergekräuselten, Cellulose-2,5-acetat-Filamenten hergestellt. Zur Produktion von Filter Tow wird eine Lösung von ca. 30% Cellulose-2,5-acetat in Aceton durch Spinndüsen gepreßt, das Aceton in einem Spinnschacht durch Anblasen mit erwärmer Luft verdampft, eine Vielzahl von Filamenten (3.000 bis 35.000) zu einem Band zusammengefaßt und dieses anschließend stauchkammergekräuselt. Daraufhin wird das Produkt getrocknet, in Ablagebehälter eingefüllt und 10 letztlich zu Ballen mit einem Gewicht von 300 bis 600 kg gepreßt. Die Gesamtmenge an Filter Tow, die heute weltweit nach diesem Verfahren hergestellt wird, beträgt ca. 500.000 Tonnen pro Jahr, was die wirtschaftliche Bedeutung des Prozesses unterstreicht. Nach Transport der Filter Tow-Ballen zum Filter- oder Zigarettenhersteller wird das Filter Tow dem Ballen entnommen und auf einer Filterstabmaschine, wie zum Beispiel in der US-A-5,460,590 beschrieben, zu Filterstäben verarbeitet. Dabei wird das Filter in einer Streckeinrichtung verstreckt, mit einem zur Verklebung der Filamente dienen 15 den Zusatzmittel versehen und dann nach Bildung einer dreidimensionalen Lunte mit Hilfe eines Einlauftrichters in das Formateil eingeführt, dort queraxial verdichtet, mit Papier umhüllt und auf die Endlänge der Filterstäbe geschnitten.

Das zur Verklebung der Filamente aufgebrachte Zusatzmittel ist in der Regel ein hochsiedendes Lösungsmittel für Celluloseacetat, wie zum Beispiel Glycerintriacetat (Triacetin), welches nach dessen Applikation die Oberfläche der Filamente kurzzeitig anlöst. Überall dort, wo sich zufällig zwei Filamente berühren, kommt es einige Zeit danach zu einer 20 festen Verklebungsstelle, da das überschüssige Zusatzmittel in die Faseroberfläche migriert, wodurch sich der zuvor flüssige Lösungstropfen, aus Cellulose-2,5-acetat im Zusatzmittel, verfestigt. Nach einer Lagerdauer von weniger als einer Stunde erhält man, bedingt durch die zuvor erwähnte Migration des Härtungsmittels, mechanisch feste, dreidimensional vernetzte Filterstäbe (im folgenden als "Raumfilter" bezeichnet) geringer Packungsdichte (heute üblich 80–120 mg/cm³), die sich aufgrund ihrer Härte ohne Schwierigkeiten auf modernen Zigarettenmaschinen mit hohen Geschwindigkeiten 25 verarbeiten lassen.

Die Vorteile des Gesamtverfahrens liegen in der hohen Effizienz der Filter Tow-Herstellung, den niedrigen Transportkosten vom Filter Tow-Hersteller zu den Endkunden und insbesondere der hohen Produktivität bei der Filterherstellung, die nicht unwe sentlich durch die Lauflänge der Bänder in den Ballen bestimmt wird. Die Verarbeitung von Filter Tow wird auf kommerziell erhältlichen Filterstabmaschinen, wie zum Beispiel der KDF 3/AF 3 der Fa. Körber AG, Hamburg, 30 durchgeführt. Dabei sind Produktionsgeschwindigkeiten von derzeit 600 m/min Stand der Technik. Die Produktivität der Filterherstellung kann bei Anwendung der in der DE-A-43 40 029 beschriebenen Doppelstrangtechnologie und bei Anwendung der in der DE-A-43 20 303 dargestellten Twin Tow-Technologie noch deutlich gesteigert werden. Ein weiterer Vorteil der herkömmlichen Filterherstellung liegt darin begründet, daß man durch Veränderung des Geschwindigkeitsverhältnisses zwischen Aufbereitungs- und Formateil die Filtereigenschaften bezüglich Druckabfall und damit die Filtrationsleistung in weiten Grenzen bei Beibehaltung der Filter Tow-Spezifikation variieren kann. Darüber hinaus läßt sich durch Variation des Filament- beziehungsweise Gesamtitors eine fast beliebig große Vielfalt an Filtern unterschiedlichster Filtrationsleistungen nach dem beschriebenen Verfahren herstellen.

Zur Herstellung von Raumfiltern wird heute weitgehend Cellulose-2,5-acetat eingesetzt. Es besitzt im Hinblick auf die Diskussion bezüglich Rauchen und Gesundheit nachweislich hervorzuhebende Eigenschaften betreffend spezifischer 40 Retentionsphänomene. So filtriert ein Filter aus Celluloseacetat gesundheitlich bedenkliche Nitrosamine und Phenole weitaus effizienter als Kondensat und Nikotin. Außerdem wird der Rauchgeschmack der heute üblichen Tabakmischung, wie zum Beispiel "American Blend", "German Blend" und "Virginia" in Kombination mit einem Raumfilter aus Celluloseacetat durch den Raucher als am angenehmsten beurteilt. Ein weiterer nicht zu unterschätzender Vorteil eines Raumfilters aus Cellulose-2,5-acetat ist in der optischen Homogenität der Schnittflächen der Filter begründet.

45 Alle anderen möglichen Polymeren, mit denen nach vergleichbaren Verfahren Raumfilter herstellbar wären, haben sich wegen negativer Geschmacksbeeinflussung des Rauches, mangelnder spezifischer Retention, Problemen mit der Härtung und Schneidproblemen der Filter an der Filterstabmaschine, aber auch an der Zigarettenmaschine, am Markt nicht durchsetzen können. Die durchweg negative Beurteilung des Rauchgeschmacks und der Mangel an spezifischen Retentionen bei Verwendung von anderen Polymeren zur Herstellung von Raumfiltern legt nahe, daß die Vorteile des heutigen Acetatfilters nicht ursächlich verknüpft sind mit der physikalischen Filterkonstruktion, sondern auf adsorptive 50 Eigenschaften des Polymers Cellulose-2,5-acetat zurückzuführen sind, die sich auch bei Flächenfiltern positiv auswirken sollten. Allerdings haben Raumfilter aus Cellulose-2,5-acetat ungeachtet ihrer unbestreitbaren Marktdominanz einige gravierende Nachteile: Zugwiderstand und Filtrationsleistung sind für Raumfilter aufgrund konstruktiver physikalischer Vorgaben eindeutig definiert. Die Partikelfiltration oder auch Kondensatretention "R_k" eines üblichen Raumfilters ist eine 55 Funktion von Filamenttiter (Faserfeinheit), Filterdurchmesser, Zugwiderstand und Filterlänge. Es gilt:

$$R_k = f(dpf, D, l, \Delta P) \quad (1)$$

worin bedeuten:

- 60 dpf Filamenttiter [dtex],
D Filterdurchmesser [mm],
l Filterlänge [mm] und
 ΔP Zugwiderstand [daPA].

65 Es hat nicht an Versuchen gefehlt, den Zusammenhang zwischen diesen Größen durch empirisch ermittelte Gleichungen darzustellen. Beispiele dafür sind in den folgenden Druckschriften zu finden: "Design of Cigarettes", C. L. Brown, Hoechst – Celanese Corporation, 3. Auflage, 1990 und Cable[®]: Capability Line Expert Copyright[®] 1994 by Rhodia Ace-tow AG, D-79123 Freiburg.

Bei dem derzeitigen Filterberechnungsprogramm "Gable[®]" wird folgender empirisch ermittelter Zusammenhang ver-

DE 199 51 062 A 1

wendet:

$$R_k = 100 \cdot (1 - D_k) \quad (2)$$

worin bedeutet:

D_k = Durchlässigkeit des Filters für Kondensat,
wobei gilt:

5

$$D_k = \exp(L \cdot A + B) \quad (3)$$

$$A = K_1 - K_2 \cdot dpf \quad (4)$$

$$L = 21 - l \quad (5)$$

10

und

15

$$B = -(K_3 \cdot D^4 \cdot \Delta P + K_4/dpf + K_5) \quad (6)$$

K1 bis K5 sind hierbei Konstanten die entsprechend der verwendeten Tabakmischung und der jeweilige Retentionsbestimmungsmethode empirisch ermittelt werden. Mit anderen Worten: Für eine gegebene Filterlänge und einen festgelegten Durchmesser ist die Filterleistung eines Zigarettenfilters eindeutig bestimmt durch den Zugwiderstand des Filters und den Filamenttiter der eingesetzten Filter Tow-Spezifikation.

20

Es hat nicht an Versuchen gefehlt, die Filtrationsleistung von Raumfiltern unter Beibehaltung der Vorgaben, wie Länge, Durchmesser, Zugwiderstand und Filamenttiter, zu steigern. Ein solches Hochleistungsfilter ist beispielsweise in der DE-A-26 58 479 beschrieben, wobei hier die Erhöhung der Filtrationsleistung durch Zugabe von retentionserhöhenden, feindispersen Metalloxiden gelingt. Auch der Zugwiderstand eines Raumfilters ΔP ist eindeutig definiert. Er ist abhängig vom Durchmesser D des Filters, seiner Länge l, dem Filamenttiter dpf, dem Gesamtfilter G [g/10⁴ · m] sowie dem Acetatgewicht m_A [g].

25

$$\Delta P = f(D, l, dpf, G, m_A) \quad (7)$$

30

Für einen gegeben Filterstab mit einem Zugwiderstand ΔP , einem Durchmesser D und einer Länge l ist bei Verwendung einer definierten Filter Tow-Spezifikation das Acetatgewicht eindeutig festgelegt. Der Zusammenhang zwischen Acetatgewicht und Zugwiderstand ist wegen der Vielfalt der zur Verfügung stehenden Filter Tow-Spezifikationen, der Filterstabdimensionen, der realisierbaren unterschiedlichen Restkräuselungen nicht in einer mathematischen Gleichung geschlossen darzustellen. Das obengenannte Cable® erlaubt es jedoch für jede Filter-Tow-Spezifikation, Restkräuselung und Filterstabdimension das Acetatgewicht für einen gegebenen Zugwiderstand zu berechnen.

35

Das Acetatgewicht m_A eines Filters ist mit der Restkräuselung und dem Gesamtfilter durch folgende Gleichung definiert:

40

$$I_R = 10.000 \cdot m_A / (G \cdot l) \quad (8)$$

Die Restkräuselung versteht sich dabei als das Verhältnis der Länge der entkräuselten Filamente zur Filterlänge. Die Restkräuselung ist für ein gegebenes Zigarettenfilter ein charakteristisches Merkmal. Aufgrund der mit Mitteln des Standards der Technik möglichen Restkräuselwerte und der heute üblichen Filamenttiter für Raumfilter aus Celluloseestern lässt sich die Gesamtmenge der Raumfilter durch ein auf den Filamenttiter bezogenes Verhältnis von Acetatgewicht zu Zugwiderstand charakterisieren. Für Raumfilter gilt, daß das auf den Filamenttiter bezogene Acetatgewicht/Zugwiderstandsverhältnis S eindeutig definiert ist und dieser Wert den Betrag 0,7 nie überschreitet und somit eine charakteristische Größe darstellt. Dieser Zusammenhang lässt sich für Raumfilter aus Celluloseester ausdrücken durch:

45

$$S = (m_A / \Delta P_{7,8}) / dpf < 0,7 \quad [10 \text{ m}/\text{daPA}] \quad (9)$$

50

wobei für den Zugwiderstand immer der auf einen Durchmesser von 7,8 mm umgerechnete Wert eingesetzt werden muß. Für die Umrechnung gilt folgende Gleichung:

55

$$\Delta P_{7,8} = \Delta P_x \cdot (D_x / 7,8)^{5,8} \quad [\text{daPA}] \quad (10)$$

worin der Index X den Durchmesser der tatsächlichen Probe kennzeichnet.

Trotz der sich daraus ergebenden ungeheuren Vielfalt an möglichen Raumfiltern existieren durch die genannten Zusammenhänge (Gleichung 2) Beschränkungen bezüglich der erzielbaren Kondensatretentionen.

60

Es ist technisch völlig problemlos, mit dem Spektrum der heute üblichen Filter Tow-Spezifikationen Filter herzustellen, um das Segment der Full-Flavour-Zigaretten genauso abzudecken, wie das Segment der Medium- und Leichtzigaretten. Problematisch wird es, wenn eine Filterleistung, wie für die Konstruktion von Ultra-Leicht-Zigaretten erforderlich, von deutlich mehr als 50% bei einem üblichen Filterdurchmesser von 7,80 mm und einer Filterlänge von 21 bis 25 mm gefordert wird. Da der Rauch bei einem Raumfilter parallel zur Faserrichtung strömt, ist dies nur durch eine deutliche Erniedrigung des Filamenttiters zu erreichen, was gleichzeitig bei Beibehaltung des Gesamtfilter eine deutliche Zugwiderstandserhöhung zur Folge hätte. Gesamtfilter und Filamenttiter müssen also gleichermaßen reduziert werden, mit der Folge, daß die Härte der Filter, insbesondere auch während des Abrauchs drastisch vermindert wird. Dieses

65

DE 199 51 062 A 1

Phänomen wird vom Fachmann als "Hotcollapse" bezeichnet und gilt als gänzlich unerwünscht.

Auch durch Additive bewirkte, spezifische Retentionsleistungen lassen sich nur bei vergleichsweise hoher Basisretention realisieren. So beschreibt beispielsweise die WO 97/16986 antimutagen wirkende Additive, die nur im Zusammenspiel mit einer gleichfalls hohen Mindestnikotinretention effektiv wirken. Diese Forderung begrenzt deutlich das Spektrum der in der WO 97/16986 anwendbaren Filter Tow-Spezifikationen (vergl. dort Beispiele in Tabelle II, Seite 13).

Ein weiterer unbestreitbarer Nachteil von aus Cellulosacetat hergestellten Raumfiltern ist ihre schlechte mechanische Desintegrierbarkeit in der Umwelt. Diese schlechte Desintegrierbarkeit verzögert den Abbau der in die Umwelt gelangenden Zigarettenfilter nachhaltig. Es konnte nachgewiesen werden, daß sich der Abbau von Celluloseacetatfasern durch unterschiedlichste Maßnahmen wirksam beschleunigen läßt. Alle diese Maßnahmen wirken aber gleichermaßen in Richtung Verbesserung der biologischen Abbaubarkeit des Polymers Celluloseacetat, aber nicht in Richtung leichterer Desintegrierbarkeit der Filter. Die Wirkung der z. B. in der DE-C-43 22 966 und DE-C-43 22 965 beschriebenen Maßnahmen ist im wesentlichen durch die dreidimensionale Vernetzung der Filamente in einem Raumfilter begrenzt. Die zum Abbau des Filtermaterials notwendigen Mikroorganismen haben demnach im Freiland einen zu geringen Zugang zu den Filamenten und damit zum biologischen Abbau des Polymers. Die zwar verbesserte biologische Abbaubarkeit des Polymers wird also überbestimmt oder dominiert durch die schlechte mechanische Desintegration der Raumfilter.

Da es sich bei der zuvor erwähnten Stauchkammerkräuselung um eine dreidimensionale Kräuselung handelt, tritt in der bei der Filterherstellung gebildeten Lunte auch ohne Härtungszusatz, aber auch, wie in der DE-C-43 22 966 vorgeschlagen, bei Verwendung wasserlöslicher Kleber, eine dreidimensionale Vernetzung der Filamente im fertigen Filter auf, die so bedeutend ist, daß die mechanische Desintegration der Filter in der Umwelt auch in diesen Fällen, merklich behindert wird. Ähnliche Einschränkungen gelten für den photochemischen Abbau von Filamenten. Die in EP-A-0 716 117 und EP-B-0 732 432 beschriebene Beschleunigung ist begrenzt durch die beschriebenen konstruktiven Nachteile eines Raumfilters.

In der EP-A-0 880 907 wurde deshalb vorgeschlagen, die Querverhakung durch Einsatz von Filter Tow-Spezifikationen mit extrem niedriger Restkräuselung (siehe Seite 5, Gleichung 8) im fertigen Filter weitestgehend zu verhindern. Dies wird letztlich durch eine drastische Anhebung der Gesamttitre und damit der Filtergewichte erreicht. Daraus ergibt sich naturgemäß eine Erhöhung der Zugwiderstände. Zur Kompensation dieser hohen Zugwiderstände muß daher der Filamenttitre entsprechend angehoben werden (s. Beispiel II).

Als weitere Maßnahmen beschreibt die EP-A-0 880 907 ein teilweises Zerschneiden der Filter nach deren Fertigung und die Verwendung von wasserlöslichen Klebern. Der Vollständigkeit halber sei erwähnt, daß das in der EP-A-0 880 907 beschriebene desintegrierbare Zigarettenfilter die Kriterien des Raumfilters bezüglich des auf den Filamenttitre bezogenen Gewichts-/Zugwiderstandsverhältnis $S < 0,7$ erfüllt (Beispiel II: $S = 0,31 \text{ m/dPa}$).

Ein völlig unterschiedliches Verfahren zur Herstellung von Aerosolfiltern nutzt als Ausgangsmaterial ein Flächengebilde, wie zum Beispiel Papier, Spinnvliese, textile Gewebe oder Non-Wovens (im folgenden werden solche Filter als "Flächenfilter" bezeichnet). Diese Filter umgehen die oben genannten Einschränkungen bezüglich Filterleistung und Desintegrierbarkeit. Dabei wird beim Hersteller des Filtermaterials ein Flächengebilde hergestellt, auf Bobinen aufgerollt und anschließend zum Verarbeiter versandt. Der Filter- oder Zigarettenhersteller rollt das Material von der Bobine ab, formt es zu einem stabförmigen Produkt, um es dann im Formatteil der Filterstabmaschine queraxial zu verdichten, mit Papier zu umhüllen und auf die Endlänge der Filterstäbe zu schneiden. Ergänzend dazu wird das Flächengebilde in der Regel, aber nicht notwendigerweise, vor der Umformung zum Stab parallel zur Laufrichtung durch eine Kreppeinrichtung gekräuselt. Damit erreicht man zum einen eine Erniedrigung der Materialdichte und zum anderen eine Beeinflussung des Druckabfalls (Zugwiderstand) der Filter. Dennoch liegt die Packungsdichte der heute bekannten Flächenfilter mit 120 bis 300 mg Fasergewicht/cm³ deutlich höher als die der bekannten Raumfilter aus Celluloseacetat. Eine Quervernetzung der Vlieslagen findet in aller Regel nicht statt und wird bewußt nicht angestrebt.

Das bekannteste Flächenfilter besteht aus Papier und wird zum Beispiel von der Fa. Filtrona, Hamburg, unter dem Handelsnamen Myria Filter vermarktet. In der WO 95/14398 wird ein Filter aus einem Papier aus künstlichen, hochfibrillierenden Cellulosefasern der Lyocellfaser, im Gemisch mit Zellstofffasern oder auch Acetatfasern beschrieben. Ferner betrifft die WO 95/35043 ein Zigarettenfilter aus einem wasservernetzten Gewebe, das wiederum die Lyocellfaser als dortigen Bestandteil enthält.

Neben den in den genannten Anmeldungen erwähnten Verfahren können selbstverständlich alle bekannten Verfahren zur Bildung von Flächengebildern im Zusammenhang mit der aus Gründen ihres Faserdurchmessers nach Fibrillierung höchst interessanten Lyocellfaser zur Herstellung von Flächenfiltern herangezogen werden.

Alle diese Filter gelten als biologisch gut abbaubar, weil leicht desintegrierbar, bedingt durch die fehlende Vernetzung der Flächenlagen und die geringe Wasserfestigkeit von Produkten, die in einem Papierprozeß hergestellt wurden. Nach Wiederaurollen des Zigarettenfilters zu einem Flächengebilde unter Umwelteinflüssen bietet ein solches Flächengebilde außerdem, im Unterschied zu einem schwer desintegrierbaren Raumfilter, eine vergleichsweise wesentlich größere Oberfläche für zum biologischen Abbau geeignete Mikroorganismen. Ein weiterer wesentlicher Vorteil der Flächenfilter besteht in einer deutlich höheren Nikotin- und Kondensatretention im Vergleich zu Raumfiltern entsprechenden Zugwiderstandes. Diese höhere Filtrationsleistung ist auf die physikalische Konstruktion der Flächenfilter zurückzuführen und demnach nicht abhängig vom jeweils eingesetzten Filtermaterial.

Dennoch wird bei Verwendung von Flächenfiltern, bei denen das Filtermaterial nicht oder nur teilweise aus Celluloseacetat besteht, immer wieder die negative geschmackliche Beeinflussung des Rauches durch z. B. cellulosische Fasern vom Konsumenten negativ beurteilt.

Außerdem weisen diese hauptsächlich aus cellulosischen Fasern bestehenden Filter nicht die für Raumfilter aus Celluloseacetat typischen, hohen selektiven Retentionen gegenüber Phenolen und Nitrosaminen auf.

Es hat deshalb in der Vergangenheit nicht an Versuchen gefehlt, Flächenfilter auf der Basis von Celluloseacetat vorzuschlagen. So beschreibt die DE-A-27 44 796 die Verwendung von sogenannten Fibrets aus Celluloseacetat in Kombination mit Celluloseacetat- bzw. natürlichen oder synthetischen Fasern zur Herstellung von Flächenfiltern. Beispielsweise beschreibt die US-A-3 509 009 die Anwendung der Melt-Blown Technik zur Herstellung von Vliesen für die Anwen-

DE 199 51 062 A 1

dung in Zigarettenfiltern.

Die DE-C-196 09 143 beansprucht ein Melt-Blown-Vlies u. a. zur Herstellung von Zigarettenfiltern, ausgehend von einem thermoplastischen Celluloseacetat. Alle aus den beschriebenen Materialien hergestellten Zigarettenfilter haben den Vorteil, daß die Filtrationsleistung (gemessen als Nikotin- oder Tercrretention) dieser Filter gegenüber im Zugwiderstand vergleichbaren Raumfiltern aus Celluloseacetat deutlich höher ist. Ferner ist bekannt, daß reines Celluloseacetat zur Verarbeitung in Prozessen mit thermischer Verformung des Polymers nicht geeignet ist. Die dabei auftretenden Probleme sind in der DE-C-196 09 143 eingehend geschildert.

Von Nachteil ist ferner, daß aufgrund der erwähnten höheren Dichte der Filter, der Materialeinsatz vergleichsweise so hoch ist, daß selbst bei Einsatz eines billigen Ausgangsstoffes, wie Papier auf Basis von Papierzellstoff, der Preis pro Filter sich nicht wesentlich von dem eines Raumfilters aus Celluloseacetat unterscheidet. Wesentlich teurer werden die Filter jedoch, wenn man Flächengebilde aus gesponnenen endlosen Fasern zur Herstellung verwendet. In diesen Fällen steht am Anfang ein Spinnprozeß zur Herstellung eines gekräuselten Tows, welches dann zu einer Faser geschnitten wird, die dann wiederum in einer zusätzlichen Arbeitsstufe zu einem Flächengebilde als Ausgangsmaterial für den Filterhersteller weiterverarbeitet wird. Beispiele für eine solche Vorgehensweise sind in der schon erwähnten WO 95/14398 oder auch der DE-A-27 44 796 beschrieben.

Angesichts der oben geschilderten Nachteile wird es verständlich, daß sich die Technologie des Flächenfilters, hergestellt durch das mehrstufige Verfahren (Spinnen, Schneiden, Vliesherstellung), bei der Verarbeitung zu Massenartikeln (Full-Flavour oder Light-Segment) nie durchgesetzt hat.

Ein deutlich anderes Verfahren zur Herstellung von Flächenfiltern aus Celluloseacetat beschreibt die DE-A-19 30 435. Dabei wird ein herkömmliches Filter Tow, hergestellt aus nicht thermoplastisierten Celluloseacetatfasern, aus einem Ballen abgezogen, in einem üblichen Aufbereitungsteil ausgebreitet, verstreckt und mit einem üblichen Plastifizierungsmittel versehen. Abweichend vom üblichen Verarbeitungsverfahren zur Herstellung von Raumfiltern wird dann die aufbereitete Filter Tow-Bahn in einer Heizvorrichtung aufgeheizt und anschließend mit Hilfe von profilierten, beheizten Walzen unter Druck thermoplastisch vernetzt. Das so hergestellte zweidimensional verfestigte Flächengebilde wird dann zusammengefaßt, queraxial verdichtet, mit Papier umhüllt und geschnitten. Dadurch entsteht, wie in der US-A-4,007,745 beschrieben, ein Flächenfilter aus endlosen Celluloseesterfilamenten. Ein Vorteil des Verfahrens besteht darin, daß es erstmals, von den Produkteigenschaften der Filter her gesehen, die Vorteile des Flächenfilters bezüglich Nikotin- und Kondensatretention mit den Vorteilen des Polymers Celluloseacetat bezüglich spezifischer Retention und Geschmack kombiniert. Auch ist die einstufige, kostengünstige Umwandlung von Filter Tow zu einem Flächenfilter vorteilhaft. Das Filter ist jedoch gekennzeichnet durch eine Vielzahl von dreiecksförmigen Rauchkanälen, die aus einem Vlies gebildet werden, welches eine große Anzahl von rechteckigen Vertiefungen aufweist. Ein weiterer Nachteil dieser Filterkonstruktion besteht darin, daß die dreieckigen Kanäle insbesondere beim Abrauchen gut sichtbar werden, was sich als optischer Nachteil der gefertigten Produkte bemerkbar macht.

Das in der DE-A-19 30 435 dargestellte Verfahren sowie der entsprechende Zigarettenfilter der US-A-4,007,745 haben allerdings noch einige weitere erhebliche Nachteile: Bedingt durch die thermoplastische Verschmelzung der Fasern entstehen großflächige, völlig verschmolzene Flächenanteile niedriger Porosität (s. Fig. 2 bis 6), die für die Filtration des Rauches unwirksam sind. In der Folge benötigt man bei diesen Filtern einen Materialeinsatz, der erheblich über dem heutiger Raumfilter liegt. Beispielhaft werden in der US-A-4,007,745 Filter beschrieben, deren Materialeinsatz die heute übliche Einsatzmenge zwei bis zweieinhalbmal übersteigt (s. Beispiel 4 bis 7).

Ferner ist die Kräuselung in den nicht verfestigten Flächenanteilen dreidimensional orientiert (siehe DE-A-19 30 435, Fig. 6), mit der Folge, daß die benachbarten Flächenlagen bei der queraxialen Verdichtung zum Filterstab wiederum teilweise dreidimensional vernetzen. Dies wird noch verstärkt durch die Tatsache, daß durch die kurze thermische Behandlung der Filter Tow Bahn vor der thermoplastischen Vernetzung des Vlieses, der zuvor zur Plastifizierung aufgebrachte Weichmacher noch nicht in die Faser migriert ist und deshalb, entsprechend der Aushärtung von Raumfiltern aus Celluloseacetat, zu einer Verklebung benachbarter Vlieslagen beiträgt. Es ist dabei zu wissen, daß es sich bei den in der DE-A-19 30 435 beschriebenen, zur Plastifizierung des Celluloseacetats eingesetzten Produkten, um dieselben chemischen Substanzen handelt, wie sie zur Aushärtung von Raumfiltern aus Celluloseacetat in ihrer Funktion als Lösungsmittel eingesetzt werden.

Die beiden zuletzt genannten Nachteile verhindern das Wiederaurollen des Flächenfilters zu einer Vliesbahn. Die hierfür verantwortlichen Prinzipien entsprechen denen der oben diskutierten Raumfilter.

Ein weiterer Nachteil der Lehre der DE-A-19 30 435 liegt darin begründet, daß die Filter Tow Bahn zum Zeitpunkt der Vliesbildung, wie schon erwähnt, mit Härtungsmittel benetzt ist, wodurch die Oberfläche stark klebrig wird. Dieses führt zu Verklebungen an der Kalanderwalze und macht demnach die Verfahrensführung, insbesondere bei Verarbeitungsgeschwindigkeiten von > 100 m/min, äußerst schwierig.

Der Erfolg liegt somit die Aufgabe zugrunde, Flächenfilter auf Basis endloser Celluloseesterfasern bereitzustellen, welche die oben erläuterten Nachteile des Standes der Technik, insbesondere des in der US-A-4,007,745 beschriebenen Filters, nicht aufweisen. Diese sollen auch ohne dreidimensionale Vernetzung eine ausreichende Härte besitzen, wobei ihre mechanische Desintergrierbarkeit derjenigen von Flächenfiltern entsprechen soll, welche aus Vliesen mit Kurzschiffenfasern hergestellt wurden. Hierbei soll sich die Filtronahärte an den Markterfordernissen orientieren. Ferner sollen die Flächenfilter die aus dem Stand der Technik bekannten vorteilhaften oder in Einzelfällen verbesserten Eigenschaften beibehalten.

Erfundungsgemäß wird obige Aufgabe gelöst durch einen Hochleistungs-Zigarettenfilter mit mechanischer Desintegrierbarkeit auf der Basis endloser Celluloseesterfasern, dadurch gekennzeichnet, daß

- das auf den Filamentdurchmesser bezogene Acetatgewicht/Zugwiderstandsverhältnis S größer ist als etwa 0,7, wobei der S-Wert nach der Formel:

$$S = (m_A / \Delta P_{7,8}) / dpf [10 \text{ m}/\text{daPA}]$$

- berechnet wird, worin bedeuten
 m_A das Acetatgewicht [g], ΔP den Zugwiderstand [daPA] und dpf den Filamenttiter [dtex] und für den Zugwiderstand der auf einen Durchmesser von 7,8 mm umgerechnete Wert eingesetzt wird,
- 5 b) die Restkräuselung des Filtermaterials den Wert von 1,45 nicht übersteigt,
 c) das Acetatgewicht maximal 10 mg/mm Filterlänge beträgt,
 d) die Härte des Zigarettenfilters etwa 90% Filtronahärte überschreitet und
 e) das Zigarettenfilter in dem später zu beschreibenden Desintegrationstest mindestens etwa 40% Gewichtsverlust nach 10 Wochen Versuchsdauer aufweist.
- 10 Zur Herstellung eines erfundungsgemäßen Filters wird entweder ein thermoplastisches Celluloseester Fasermaterial oder im Falle eines nicht thermoplastischen Celluloseesters ein wasserlösliches Verklebungsmittel verwendet. (Bezüglich der thermoplastischen Eigenschaften von Celluloseesterderivate sei auf die in der DE-A-196 09 143 dargestellte Diskussion bezüglich internen und externen Weichmachern (51 Z65 ff) verwiesen. Die dort getroffenen Feststellungen sind für das Verständnis der folgenden Ausführungen von grundlegender Bedeutung. Zur Definition von Thermoplasten wird außerdem auf "Römpps Chemielexikon, 8. neubearbeitete und erweiterte Auflage, Bd. 6, Franckh'sche Verlagsbuchhandlung, Stuttgart 1988", Seite 4229) verwiesen. Für den ersten Fall eines thermoplastischen Celluloseester Fasermaterials kann man zwei Fälle unterscheiden. Im ersten Fall ist das Fasermaterial aus einem von Natur aus schon thermoplastischen Celluloseester, wie z. B. Celluloseacetobutyrat, hergestellt. In diesem kann das Filter Tow ohne weitere Maßnahmen zu erfundungsgemäßen Filtern verarbeitet werden. Im Falle eines nicht thermoplastischen Ausgangspolymer, wie z. Beispiel Cellulose-2,5-acetat, muß dieses durch Zugabe eines geeigneten Weichmachers thermoplastifiziert werden. In diesem Fall muß der Weichmacher in den Fasern homogen verteilt sein. Die homogene Verteilung des Weichmachers in den Fasern läßt sich durch unterschiedlichste Methoden nachweisen. Diese sind beispielsweise: Aufzeichnung der Verdampfungskinetik der Weichmacher. Dazu kann ein Filtertöpfel in einem Inert-Gassstrom erhitzt werden und die Verdampfungskinetik über die Verbrennung in einem handelsüblichen Flammen-Ionisations-Detektor (FID) nachgewiesen werden. Die Verdampfungskinetik eines in der Faser gleichmäßig eingebrachten Weichmachers unterscheidet sich nachhaltig von der eines oberflächlich aufgebrachten Weichmachers. Da die Verdampfung diffusionskontrolliert erfolgt, ist die Verdampfungskinetik bei gleichmäßiger Verteilung signifikant langsamer als bei oberflächlicher Applikation. Eine andere Möglichkeit besteht darin die Verdampfungskinetik mittels Differential-Thermogravimetrie darzustellen. Drittens kann die gleichmäßige Verteilung durch Kurzzeitextraktionsverfahren in für das Polymer geeigneten Lösungsmitteln mit anschließender quantitativer Analyse des Weichmachers ermittelt werden. Diese Methode liefert für einen homogen verteilten Weichmacher einen deutlich niedrigeren Analysenwert als für den nur oberflächlich aufgetragenen Weichmacher bei gleichem prozentualen Gehalt. Eine weitere Möglichkeit oberflächlichen und gleichmäßig verteilten Weichmacher qualitativ zu unterscheiden besteht in der Möglichkeit mittels NIR Reflexion zu untersuchen.
- 20 30 35 40 45 50 55 60 65
- Diese Methode liefert für homogen verteilten Weichmacher einen deutlich niedrigeren Analysenwert als für den nur oberflächlich aufgetragenen Weichmacher bei gleichem prozentualen Gehalt.
- Zur Herstellung des erfundungsgemäßen Filters wird ein Filter Tow vom Ballen abgezogen, pneumatisch ausgebreitet und nach dem für Raumfilter üblichen Verfahren verstreckt. Vor dem eigentlichen Filterherstellungsschritt wird intermediär ein Non-Woven-Vlies mit möglichst niedriger Festigkeit in Richtung beider Flächenachsen erzeugt. Überraschenderweise hat sich gezeigt, daß dies besonders dann gelingt, wenn der zur Thermoplastifizierung des Polymers notwendige Weichmacher gleichmäßig in der Faser verteilt ist.
- Im Rahmen der vorliegenden Erfindung ist das auf den Filamenttiter bezogene Verhältnis von Acetatgewicht/Zugwiderstand S nach der oben bezeichneten Formel größer als etwa 0,7. Wird dieser Wert unterschritten, dann führt das zu Retentionswerten, wie sie bei konventionellen Celluloseacetat-Filtern üblich sind. Bevorzugt beträgt das auf den Filamenttiter bezogene Acetatgewicht 1 Zugwiderstandsverhältnis S höchstens etwa 2, und liegt insbesondere im Bereich von etwa 0,8 bis 1,3. Wird der bevorzugte Wert von etwa 2 für das Verhältnis S überschritten, dann erfüllt dieses Produkt nicht mehr die gewünschten Wirtschaftlichkeitsanforderungen.
- Hinsichtlich der weiteren zugrundeliegenden Parameter gelten vorzugsweise folgende Rahmenbedingungen:
- Die Restkräuselung I_R des Filtermaterials ist kleiner als 1,45. Bevorzugt liegt die Restkräuselung zwischen etwa 1,05 und 1,4, insbesondere zwischen etwa 1,1 und 1,3.
- Das Acetatgewicht kann im Rahmen der erfundungsgemäßen Lehre maximal 10 mg/mm Filterlänge und mindestens etwa 4 mg/mm Filterlänge betragen und liegt insbesondere bei etwa 5 bis 8 mg/mm Filterlänge. Wird der Maximalwert von 10 mg/mm Filterlänge überschritten, dann ist ein derartiges Produkt nicht hinlänglich wirtschaftlich. Vorzugsweise wird ein Mindestwert von etwa 5 mg/mm Filterlänge eingehalten. Wird dieser Wert unterschritten, dann läßt sich nach dem Stand der Technik die gewünschte Härte des Zigarettenfilters von minimal 90% nicht mehr einhalten. Dieser Mindestgrenzwert der Filtronahärte orientiert sich an den Markterfordernissen. Die Filtronahärte des erfundungsgemäßen Zigarettenfilters kann hierbei vorzugsweise auf etwa 90 bis 95%, insbesondere etwa 91 bis 93 eingestellt sein. Darüber hinaus weist das Zigarettenfilter nach dem später zu beschreibenden CBDTF-Test einen Gewichtsverlust von mindestens 50 Gew.-% auf.
- Der Zugwiderstand der erfundungsgemäßen Filter liegt bevorzugt in einem Bereich zwischen 1 und 12 daPA/mm Filterlänge. Die Filamenttiter der eingesetzten Filter Tow-Qualitäten variieren zwischen 1 und 20 dtex.
- Die Desintegrierbarkeit der erfundungsgemäßen Zigarettenfilter wird durch eine geringe Restkräuselung I_R angehoben. Diese geringe Restkräuselung verringert die Querverhakung der Filamente innerhalb und zwischen den Ebenen der Vliesbahnen. Die Restkräuselung des erfundungsgemäßen Filters ist, wie oben ausgeführt, kleiner als 1,45.
- Zur weiteren Verbesserung der mechanischen Desintegrierbarkeit des erfundungsgemäßen Filters empfiehlt es sich, dieses aus einem mehrfachbreiten Faserstreifen gemäß der Lehre der DE 43 40 029 herzustellen. Nach einer weiteren Ausführungsform kann das Zigarettenfilter aus einem Faserstreifen hergestellt werden, der vor Eintritt in den Strangteil der Filterstabmaschine in mehrere Streifen aufgetrennt wurde.

DE 199 51 062 A 1

Die endlosen thermoplastischen Celluloseesterfasern der Erfindung können Celluloseacetat, insbesondere Cellulose-2,5-acetat, Cellulosebutyrat, Celluloseacetobutyrat, Celluloseacetopropionat und/oder Cellulosepropionat, enthalten. Vorteilhafterweise weisen die erfindungsgemäßen endlosen thermoplastischen Fasern aus Celluloseacetat einen Substitutionsgrad von etwa 1,5 bis 3,0, vorzugsweise etwa 2,2 bis 2,6 auf.

Die zur Thermoplastifizierung der verwendeten Celluloseester eingesetzten und in den Fasern gleichmäßig verteilten Weichmacher können beispielsweise aus folgenden Gruppen ausgewählt sein: Glycerinester (insbesondere Glycerintri-acetat), Ethylen- und Propylencarbonat, Zitronensäureester (insbesondere Acetyl-, Triethylcitrat), Glykolester (insbesondere Triethylenglykoldiacetat (TEGDA) oder Diethylenglykoldibenzooat), Carbowax® (insbesondere Polyethylenglykole eines Molekulargewichts von 200 bis 14.000, wie etwa hergestellt von der Firma UCC, USA), Sulfolan (Tetrahydrothiophen-1,1-dioxid), Fettsäureester, Phosphorsäureester (insbesondere Trioctyl-, Triphenyl- oder Trimethylphosphat), Estern der Phthalsäure (insbesondere Dimethyl-, Diethyl-, Dibutyl- und/oder Diisodecylphthalat) und Mischungen beliebiger Zusammensetzungen aus ein oder mehreren dieser Substanzen.

Die Menge an einzusetzendem plastifizierndem Weichmacher und/oder wasserlöslichem Verklebungsmittel ist dem Fachmann auf diesem technischen Gebiet ohne weiteres geläufig. Im allgemeinen liegt ein Gehalt an Weichmacher und/oder Verklebungsmittel von etwa 1 bis etwa 40 Gew.-% vor, in besonderen Fällen kann der Gehalt an Weichmacher diesen Bereich jedoch ohne weiteres übersteigen, ohne daß hiervon die Lehre der Erfindung betroffen ist.

Als wasserlösliche Verklebungsmittel die bevorzugt auf der Oberfläche der Fasern vorliegen können die üblichen, bei der Herstellung von Raumfiltern aus Celluloseacetat angewandten hochsiedenden Lösungsmittel, wie Polyalkylenoxide (wie Polyethylenglykole, Polypropylenglykole oder Copolymeren aus Polyethylen- und Polypropylenoxid sowie deren Derivate), wasserlösliche Ester oder Ether (auch Celluloseester oder -ether), Stärke, Stärkederivate, p-Polyvinylalkohole (partiell oder vollständig hydrolysiert, sowie Derivate davon), Polyvinylether (und deren Derivate), p-Polyvinylacetate und/oder Polysaccharide, wasserlösliche Polyamide und Polyacrylate eingesetzt, d. h. auf die Faserbahn appliziert werden.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung enthalten die Celluloseesterfasern Additive in Form von fotoreaktiven Additiven, die biologische Abbaubarkeit begünstigenden Additiven, Additiven mit selektiver Retentionswirkung und/ oder farbigen Pigmenten. Bevorzugt wird als fotoreaktives Additiv ein feindisperses Titandioxid des Anatas-Typs mit einer mittleren Teilchengröße von kleiner 2 µm eingesetzt. Als Additive, die die biologische Abbaubarkeit begünstigen sind insbesondere zu nennen: stickstoffhaltige Substanzen, deren natürlichen oder mikrobiellen Abbauprodukte basische Amine freisetzen (beispielsweise Harnstoff und seine Derivate; Oligopeptide und Proteine, wie etwa beta-Lactoglobulin; Kondensationsprodukte aus Carbonylen und Aminen, etwa Hexamethylentetramin; sowie stickstoffhaltige organische Heterocyclen, insbesondere Carbazole).

Bevorzugte Additive mit selektiver Retentionswirkung sind Filtrationshilfen, wie sie zum Beispiel in der WO 97/16986 genannt sind. Vorzugsweise werden organische Säuren bzw. saure Carbonsäureester, Polyphenole, oder Porphydrinderivate eingesetzt.

Durch geeignete Maßnahmen kann das erfindungsgemäße Hochleistungs-Zigarettenfilter somit im Hinblick auf die biologische und photochemische Abbaubarkeit in einem Ausmaß verbessert werden, wie dies bei Raumfiltern aus dem Stand der Technik nur bedingt möglich ist.

Die mit der Erfindung verbundenen Vorteile sind somit vielfältig. Insbesondere ist die leichte Desintegrierbarkeit des erfindungsgemäßen Filters unter Umweltinflüssen von großem Vorteil. Das erfindungsgemäße Filter kann hinsichtlich der biologischen und photochemischen Abbaubarkeit gegenüber einem bekannten Raumfilter deutlich verbessert werden. Zudem besitzt der Hochleistungs-Zigarettenfilter der Erfindung gegenüber Raumfiltern, beispielsweise aus Celluloseacetat, eine erhöhte Retention bei gleichem Zugwiderstand, wobei gleichzeitig die an den Filter gestellten Anforderungen, insbesondere des Zigarettenherstellers sowie des Endverbrauchers, in hohem Maße erfüllt werden. Durch Mischung von unterschiedlichen Ausgangs-Tows beliebiger Filamentgröße (Filamenttitr) ist es darüber hinaus möglich, ein Optimum an Flächenvolumen und Filtrationskapazität entsprechend einzustellen. Diese Arbeitsweise ermöglicht auch, das Filter entsprechend seiner Filtronähärte zu optimieren. Ferner kann durch den vorhandenen Weichmacher, wie beispielsweise Triacetin, eine positive Geschmacksbeeinflussung erfolgen, wobei gleichzeitig jedoch eine wesentlich geringere Menge an Weichmacher direkt in den Rauch übergeht. Demzufolge werden beim erfindungsgemäßen Hochleistungs-Zigarettenfilter signifikant niedrigere Kondensatwerte festgestellt.

Nachfolgend wird die Erfindung anhand von Beispielen, welche die erfindungsgemäße Lehre nicht beschränken sollen, im einzelnen beschrieben. Dem Fachmann sind im Rahmen der erfindungsgemäßen Offenbarung weitere Ausführungsbeispiele offensichtlich.

Beispiele

Vergleichsbeispiel 1

Als Vergleichsbeispiel 1, welches ein heute übliches Zigarettenfilter (Raumfilter) repräsentiert, wurde ein Zigarettenfilter hergestellt aus einem Filter-Tow der Spezifikation 3,0 Y 35. Dieses Filter besteht aus Einzelfilamenten des Filamenttiters 3,33 dtex und einem Gesamttilter von 38.889 dtex, wobei Y den Querschnitt des Filaments beschreibt. Die Filter haben eine Länge von 21 mm bei einem Durchmesser von 7,80 mm. Der Triacetingehalt beträgt 7% (= 8,5 mg). Der Zugwiderstand ist 60 daPA bei einem Acetateinsatzgewicht von 107 mg. Die Filter wurden umhüllt mit einem unporösen Filterumhüllungspapier der Fa. Glatz (D-67468 Neidenfels) mit der Bezeichnung F 796-28. Die Filtronähärte der Filterstäbe beträgt 92,2%. Das Filter hat demnach ein auf den Filamenttilter normiertes Gewichts/Zugwiderstandsverhältnis von S = 0,54 (10 m/daPA). Diese Filter wurden nach der im Folgenden beschriebenen, von einer CORESTA Arbeitsgruppe erarbeiteten Testmethode (CBDTF-Test), bezüglich ihrer Desintegration untersucht. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 zusammengefaßt.

Das Testmaterial (10 Filterstöpsel, vom Papier befreit) wird mit einem Xenonbrenner bei Wellenlängen größer 290 nm

DE 199 51 062 A 1

bestrahlt. Die Bestrahlungsintensität wird bei 340 nm bestimmt und zu $0,35 \text{ Wm}^{-2}\text{nm}^{-1}$ eingestellt. Die Temperatur, gemessen durch einen Weißstandard, beträgt 55°C. Zweimal täglich erfolgt Bewässerung der Proben mit deionisiertem Wasser. Einmal täglich werden die Proben durch Rütteln mit vier Stahlkugeln ($M = 16 \text{ g}$, $D = 1,2 \text{ cm}$) in einem Stahlbecher mechanisch belastet. Wöchentlich erfolgt nach Konditionierung der Proben die Bestimmung des Gewichts und

- 5 wahlweise des Volumens. Zur Bestimmung der Kondensatretention der Filter wurden die 21 mm langen Filter an einen "American Blend" Tabakstrang gekoppelt und nach CORESTA recommended No. 22 und 23 abgeraucht. Das Cambridgefilter und die vom Tabakstummel abgetrennten Filter werden in Methanol extrahiert und nach entsprechender Verdünnung UV-spektroskopisch die Extinktion der Lösungen bei einer Wellenlänge von 310 nm bestimmt. Die Retention errechnet sich dann nach folgender Gleichung:

10 $R_k = E_{\text{Filter}} / (E_{\text{Filter}} + E_{\text{Cambridgefilter}})$.

Beim Vergleichsbeispiel 1 wurde die Kondensatretention zu 37,5% bestimmt.

15 Vergleichsbeispiel 2

Ein Filter-Tow der Spezifikation 3.0 Y 55 (Filamenttiter: 3,33 dtex; Gesamttilter: 61.111 dtex) wurde auf einem üblichen zweistufigen Streckwerk KDF 2 der Firma Hauni, Hamburg, aufbereitet und mit 8% Triacetin besprüht. Nach Verlassen der Umlenkwalze wird die Filter Tow-Bahn mit einer Mindestbreite von 250 mm in ein Paar von beheizten Kalanderwalzen eingeführt und mit einem wirksamen Liniendruck von 40 kg/cm kalandriert. Die profilierten Kalanderwalzen haben einen Durchmesser von 230 mm und eine gerillte Breite von 350 mm und weisen 10 Profilrillen pro cm auf. Sie werden mit einem Silikonöl auf eine Temperatur von $205 \pm 3^\circ\text{C}$ beheizt. Das Rillenprofil ist trapezförmig mit einer oberen Breite von 0,4 mm und einer Tiefe von 0,45 mm und einem eingeschlossenen Winkel von 35° .

Nach Verlassen der Kalanderwalze wird das so hergestellte Vlies durch Einführen in eine Einlaufdüse strangförmig gefaltet und in einer handelsüblichen KDF2, der Fa. Körber, Hamburg, bei einer Stranggeschwindigkeit von 70 m/min mit Papier umhüllt und auf eine Filterstablänge von 126 mm geschnitten. Der Durchmesser der Filterstäbe wurde auf 7,8 mm eingestellt. Die Filtronähärte der Filterstäbe beträgt 89,5%. Aus diesen Stäben werden dann Filterstöpsel mit einer Länge von 21 mm geschnitten, die dann, wie im Vergleichsbeispiel 1 dargestellt, bezüglich ihrer Desintegrierbarkeit untersucht werden (Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 zusammengefaßt). Der Zugwiderstand dieser Filterstäbe beträgt 51 daPA bei einem Acetateinsatzgewicht von 141 mg. Damit beträgt das auf den Filamenttiter bezogene Acetatgewicht/Zugwiderstandsverhältnis $S = 0,83$ [10 m/daPA]. Die Kondensatretention, bestimmt wie im Vergleichsgleichsbeispiel 1 beschrieben, war 42,3%.

Der Nachweis der nicht homogenen Verteilung des aufgesprühten Triacetins wird wie folgt geführt: Ein drei Monate vor dem Untersuchungsdatum produzierter Filterstöpsel der Länge 21 mm wird in ein V2A-Stahlrohr mit einem Innen-durchmesser von 7,5 mm eingeführt. Der Innendurchmesser des Stahlrohrs wird beidseitig durch geeignete technische Mittel auf eine Durchmesser von 0,3 mm verjüngt. Eintrittsseitig wird Stickstoffgas mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 30 ml pro Minute eingeströmt und auf der Austrittsseite mit einem handelsüblichen Flammen-Ionisation-Detektor (FID) verbunden. Das Probenrohr wird in einem Heizofen mit einer Aufheizrate von $75^\circ\text{C}/\text{min}$ bis zu einer Ofentemperatur von 150°C erhitzt. Das aufgezeichnete FID-Signal erreicht sein Intensitätsmaximum nach spätestens zwei Minuten und die Basislinie nach ca. 6 Minuten.

Beispiel

In einem doppelwandigen Universalmischer mit dem Gesamteinhalt von 615 l Volumen und Kühl-Heizeinrichtung wurden 300 kg Celluloseacetat-Flakes eingefüllt. Das Mischwerkzeug 1 ist einteilig mit drei Flügeln in Bodennähe umlaufend und senkrecht auf die Antriebswelle aufgesteckt. Waagerecht zur Antriebswelle ist einteiliges, vierflügeliges Zerhackerwerkzeug 2 angebracht, welches Agglomeratabbildung während der Weichmacherzugabe und -diffusion verhindert und mit 21 m/sec (2890 U/min) Umfangsgeschwindigkeit betrieben wird.

Mit einer Umfangsgeschwindigkeit von 6,5 m/sec wurde der Mischer 1 in Betrieb gesetzt. Während 10 min wurden 50 65 kg Triacetin gleichmäßig zugegeben. Zu diesem Zeitpunkt wird das Zerhackerwerkzeug 2 zugeschaltet. Es wurde weiterhin zur innigen Vermischung 12 min intensiv gemischt. In den nächsten 20 min wurde bis zu einer Materialtemperatur von 76°C aufgeheizt. Diese Temperatur wurde 5 min beibehalten. Anschließend wurde 30 min kontinuierlich auf 20°C abgekühlt. Die Gesamteinwirkdauer des Triacetin auf die Flakes betrug 67 min. Anschließend wurde der Mischer innerhalb drei Minuten schnellentleert. Dieses nach dieser Verfahrensweise erhaltene Produkt ist sehr gut riesel- und lagerrfähig.

Das thermoplastisierte Celluloseacetatgranulat wird mittels des üblichen Trockenspinnverfahrens zu einem Filter-Tow der Spezifikation 3.0 Y 55 [Filamenttiter 3,33 dtex; Gesamttilter 61.111 dtex] verarbeitet.

Dieses Filter-Tow wurde auf einem üblichen zweistufigen Streckwerk KDF2 der Firma Hauni, Hamburg, aufbereitet. Im Unterschied zum Vergleichsbeispiel 2 wird nach der Verstreckung kein zusätzlicher Weichmacher aufgebracht. Nach Verlassen der Umlenkwalze wird die Filter Tow-Bahn mit einer Mindestbreite von 250 mm in ein Paar von beheizten Kalanderwalzen eingeführt und kalandriert. Die profilierten Kalanderwalzen haben einen Durchmesser von 150 mm und eine Breite von 550 mm und weisen 10 Profilrillen pro cm auf. Sie werden mit einem Silikonöl auf eine Temperatur von $180 \pm 3^\circ\text{C}$ beheizt. Das Rillenprofil ist trapezförmig mit einer oberen Breite von 0,4 mm und einer Tiefe von 0,45 mm und einem eingeschlossenen Winkel von 35° . Nach Verlassen der Kalanderwalze wird das so hergestellte Vlies durch Einführen in eine Einlaufdüse strangförmig gefaltet, und in einer handelsüblichen KDF2, der Fa. Körber, Hamburg bei einer Stranggeschwindigkeit von 120 m/min mit Papier umhüllt und auf eine Filterstablänge von 126 mm geschnitten. Der Durchmesser der Filterstäbe wurde auf 7,8 mm eingestellt. Die Filtronähärte der Filterstäbe beträgt 91,4%.

Aus diesen Stäben werden dann Filterstöpsel mit einer Länge von 21 mm geschnitten, die dann, wie im Vergleichsbei-

DE 199 51 062 A 1

spiel 1 dargestellt, bezüglich ihrer Desintegrierbarkeit untersucht werden (Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 zusammengefaßt). Der Zugwiderstand dieser Filterstäbe beträgt 51 daPA bei einem Acetateinsatzgewicht von 156 mg. Damit beträgt das auf den Filamenttiter bezogene Acetatgewicht/Zugwiderstandsverhältnis S = 0,92 [10 m/daPA]. Die Kondensatretention, bestimmt wie im Vergleichsgleichsbeispiel 1 beschrieben, war 44,1%.

Der Nachweis der homogenen Verteilung des aufgesprühten Triacetins wird wie folgt geführt: Ein drei Monate vor dem Untersuchungsdatum produziertes Filterstäbchen der Länge 21 mm wird in ein V2A-Stahlrohr mit einem Innendurchmesser von 7,5 mm eingeführt. Der Innendurchmesser des Stahlrohrs wird beidseitig durch geeignete technische Mittel auf eine Durchmesser von 0,3 mm verjüngt. Eintrittsseitig wird Stickstoffgas mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 30 ml pro Minute eingestromt und auf der Austrittsseite mit einem handelsüblichen Flammen-Ionisations-Detektor (FID) verbunden. Das Probemehr wird in einem Heizofen mit einer Aufheizrate von 75°C/min bis zu einer Ofentemperatur von 150°C erhitzt. Das aufgezeichnete FID-Signal erreicht sein Intensitätsmaximum frühestens nach vier Minuten und die Basislinie nach ca. 10 Minuten.

In der Tabelle 1 sind die Ergebnisse der Versuche zur Desintegration der Vergleichsbeispiele 1, 2 und des erfindungsgemäß Beispiele dargestellt.

Tabelle 1

Versuchsdauer in Wochen	Vergleichsbeispiel 1	Vergleichsbeispiel 2	Beispiel
	Restgewicht [%]	Restgewicht [%]	Restgewicht [%]
1	93	95	87
2	92	94	85
3	92	94	82
4	91	94	75
5	88	93	69
6	86	93	62
7	81	92	47
8	78	91	34
9	76	90	28
10	72	89	21

Es ist aus den obigen Tabellenwerten ersichtlich, daß die Desintegration eines erfindungsgemäß hergestellten Erzeugnisses mit fortschreitender Versuchsdauer den Werten der Vergleichsbeispiele überraschend deutlich überlegen ist.

In Tabelle 2 sind alle gemessenen Daten zusammengefasst.

Tabelle 2

	Dpf	G	I _R	Zugwi- derstand	Acetat- gewicht	Durchmes- ser	S	Härte
	[dtex]			[daPA]	[mg]	[mm]	[10 m/daPA]	[%]
Vergleichs - beispiel 1	3,33	38.889	1,31	60	107	7,8	0,54	92,2
Vergleichs - beispiel 2	3,33	61.111	1,09	51	141	7,8	0,83	89,5
Beispiel	3,33	61.111	1,22	51	156	7,8	0,92	91,4

Patentansprüche

1. Hochleistungs-Zigarettenfilter mit mechanischer Desintegrierbarkeit auf der Basis endloser Celluloseesterfasern, dadurch gekennzeichnet, daß

a) das auf den Filamenttiter bezogene Acetatgewicht/Zugwiderstandsverhältnis S größer ist als etwa 0,7, wobei der S-Wert nach der Formel:

$$S = (m_A / \Delta P_{7,8}) / dpf [10 m/daPA]$$

berechnet wird, worin bedeuten m_A das Acetatgewicht [g], ΔP den Zugwiderstand [daPA] und dpf den Filamenttiter [dtex].

DE 199 51 062 A 1

- menttiter [dtex] und für den Zugwiderstand der auf einen Durchmesser von 7,8 mm umgerechnete Wert eingesetzt wird,
- b) die Restkräuselung des Filtermaterials den Wert von 1,45 nicht übersteigt,
 - c) das Acetatgewicht maximal 10 mg/mm Filterlänge beträgt,
 - d) die Härte des Zigarettenfilters etwa 90% Filtronahärte überschreitet und
 - e) das Zigarettenfilter nach dem CBDTF-Test mindestens etwa 40% Gewichtsverlust nach 10 Wochen Versuchsdauer aufweist.
5. Hochleistungs-Zigarettenfilter nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Celluloseestermaterial thermoplastisch ist und die Fasern, sofern ein Weichmacher einbezogen wird, diesen gleichmäßig verteilt enthalten.
10. Hochleistungs-Zigarettenfilter nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß auf der Oberfläche der Fasern ein wasserlösliches Verklebungsmittel vorliegt.
15. Hochleistungs-Zigarettenfilter nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Zigarettenfilter aus einem mehrfachbreiten Faserstreifen hergestellt worden ist.
20. Hochleistungs-Zigarettenfilter nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die endlosen thermoplastischen Fasern Celluloseacetat, insbesondere Cellulose-2,5-acetat, Cellulosebutyrat, Celluloseacetobutyrat, Celluloseacetopropionat und/oder Cellulosepropionat enthalten.
25. Hochleistungs-Zigarettenfilter nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß im Falle des Einsatzes eines Weichmachers der Weichmachergehalt zwischen etwa 1 und 40% liegt.
30. Hochleistungs-Zigarettenfilter nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß im Falle des Einsatzes eines Weichmachers dieser Triacetyl, Triethylenglykoldiacetat und/oder Zitronensäure-diethylester ist.
35. Hochleistungs-Zigarettenfilter nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die endlosen thermoplastischen Fasern Celluloseacetat eines Substitutionsgrads von etwa 1,5 bis 3,0, insbesondere etwa 2,2 bis 2,6 aufweisen.
40. Hochleistungs-Zigarettenfilter nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die wasserlöslichen Verklebungsmittel in Form von Polyethylenglykolen, wasserlöslichen Estern oder Ethern, Stärke und/oder Stärkederivaten, p-Polyvinylalkoholen, p-Polyvinylacetaten vorliegen.
45. Hochleistungs-Zigarettenfilter nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das auf den Filamenttiter bezogene Acetatgewicht/Zugwiderstandsverhältnis S höchstens etwa 2 beträgt, insbesondere im Bereich von etwa 0,8 bis 1,3 liegt.
50. Hochleistungs-Zigarettenfilter nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Acetatgewicht mindestens etwa 4 mg/mm Filterlänge, insbesondere etwa 5 bis 8 mg/mm Filterlänge beträgt.
14. Hochleistungs-Zigarettenfilter nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Filtronahärte des Zigarettenfilters etwa 90 bis 95%, insbesondere etwa 91 bis 93% beträgt.
15. Hochleistungs-Zigarettenfilter nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Zigarettenfilter nach dem CBDTF-Test einen Gewichtsverlust von vorzugsweise mindestens 50 Gewichtsprozent aufweist.
16. Hochleistungs-Zigarettenfilter nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Celluloseesterfasern Additive in Form von fotoreaktiven Additiven, die biologische Abbaubarkeit begünstigenden Additiven, Additiven mit selektiver Retentionswirkung und/oder farbigen Pigmenten enthält.
17. Hochleistungs-Zigarettenfilter nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß als fotoreaktives Additiv ein feindisperses Titandioxid des Anatas-Typs mit einer mittleren Teilchengröße von kleiner 2 µm eingesetzt ist.
18. Hochleistungs-Zigarettenfilter nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß als Additive organische Säuren bzw. saure Carbonsäureester, Polypheophole und/oder Porphyrinderivate eingesetzt werden.

55

60

65